SNI 06-2153-1991

Standar Nasional Indonesia

Asam tereftalat murni (PTA)

ICS 71.060.30

Badan Standardisasi Nasional BSN

ASAM TEREFTALAT MURNI (PTA)

REPUBLIK INDONESIA

DEPARTEMEN PERINDUSTRIAN

ASAM TEREFTALAT MURNI (PTA)

1. RUANG LINGKUP

Standar ini meliputi definisi, syarat mutu, cara pengambilan contoh, cara uji, cara pengemasan dan syarat penandaan asam tereftalat murni.

2. DEFINISI

Asam tereftalat murni (pure terephthalic Acid) adalah serbuk berwarna putih dengan rumus kimia HOOC-⌬-COOH dan dipakai terutama sebagai bahan baku serat poliester.

3. SYARAT MUTU

Tabel

Syarat Mutu Asam Tereftalat Murni

No.	Uraian	Satuan	Persyaratan
1	2	3	4
1.	Kenampakan	-	Serbuk putih yang bebas benda asing
2.	Bilangan asam	mgKOH/g	675 ± 2
3.	Warna DMF (APHA)		maks.10
4.	Kadar abu	ppm	maks. 25
5.	Logam-logam		
	Co	ppm	maks. 1
	Mo	ppm	maks. 1
	Cr	ppm	maks. 1
	Mn	ppm	maks. 1
	Mg	ppm	maks. 1
	Ni	ppm	maks. 1
	Al	ppm	maks. 2
	Ca	ppm	maks. 2
	Na	ppm	maks. 2
	K	ppm	maks. 2
	Fe	ppm	maks. 2
	Ti	ppm	maks. 1

Tabel I (lanjutan)

1	2	3	4
6.	Total logam berarti (Ma,Cr,Ni, Co,Ti,Mg,Fe)	ppm	maks. 10
7.	4-Karboksi benzaldehida	ppm	maks. 15
8.	Kadar zat yang menguap % berat	ppm	maks. 0,1
9.	Asam p-Toluat	ppm	maks.150

4. CARA PENGAMBILAN CONTOH.

Pengambilan contoh sesuai dengan SII 0426 - 81, Petunjuk Pengambilan Contoh Padatan.

5. CARA UJI.

5.1. KENAMPAKAN

5.1.1. Prinsip.

Memeriksa adanya benda asing di dalam contoh.

5.1.2. Peralatan.

- Gelas piring petri garis tengah 90-100 mm.
- Spatula.

5.1.3. Prosedur.

- Timbang 20 g contoh yang homogen
- Sebarkan kedalam piring petri sambil diperiksa warna, bentuk dan adanya benda-benda asing. Bila didapat ketidak normalan dengan 20 g. contoh, ulangi pemeriksaan dengan 200 gram contoh.

5.2. Bilangan Asam

5.2.1. Prinsip.

Melarutkan contoh dengan piridin, kemudian dititrasi dengan NaOH menggunakan penunjuk fenolftalein.

5.2.2. Pereaksi.

5.2.2.1. Natrium hidroksida IN

- Timbang ± 47 g NaOH, tambahkan 1 liter air suling dan Ba $(OH)_2$ sampai cukup jenuh lalu diaduk hingga tidak ada sedimentasi.
- Biarkan 2-3 hari kemudian diambil cairan beningnya.
- Timbang 2-2,5 gram asam sulfamat atau potassium hydrogenphtalat yang telah dikeringkan dalam eksikator, tambah 25 ml air.
- Titrasi larutan ini dengan NaOH, dan menggunakan penunjuk biru bromtimol

$$\text{kekuatan} = \frac{\text{asam sulfamat(g)} \times \text{kemurnian}}{0{,}09709 \times N \times \text{NaOH(ml)}}$$

5.2.2.2. Biru bromtimol 0,1 %

- Timbang 0,1 g biru bromtimol
- Tambahkan 20 ml etil alkohol (95%)
- Tambahkan air hingga 100 ml

5.2.2.3. Fenolftalein 1 %

- Larutkan 1 g fenolftalein dengan 90 ml etil alkohol 95 %
- Tambahkan air suling hingga 100 ml.

5.2.2.4. Piridin (C_6H_5N).

5.2.3. Peralatan.

- Labu erlenmeyer 200 ml
- Gelas ukur 20 ml
- Alat untuk titrasi(Multi dosimat) 20 ml
- Penangas air
- Timbangan analitik.

5.2.4. Prosedur.

- Timbang contoh 1,5 g ± 0,1 mg dalam labu erlenmeyer.

- Tambah 20 ml Piridin dan 20 ml air suling dan larutkan dalam penangas air.
- Kemudian dinginkan, dan setelah dingin, tambahkan 3 sampai 4 tetes penunjuk fenolftalein.
- Titrasi dengan N NaOH sampai warna sedikit merah terang, gunakan setengah tetesan sehingga didapat titik akhir.

5.2.5. Perhitungan.

Bilangan asam (KOH mg/g) = $\frac{VxNxFx56,1}{S}$

V = Kebutuhan larutan N-NaOH, ml

N = Normalitas larutan NaOH

F = Kekuatan larutan NaOH

S = Berat contoh

5.3. Warna DMF

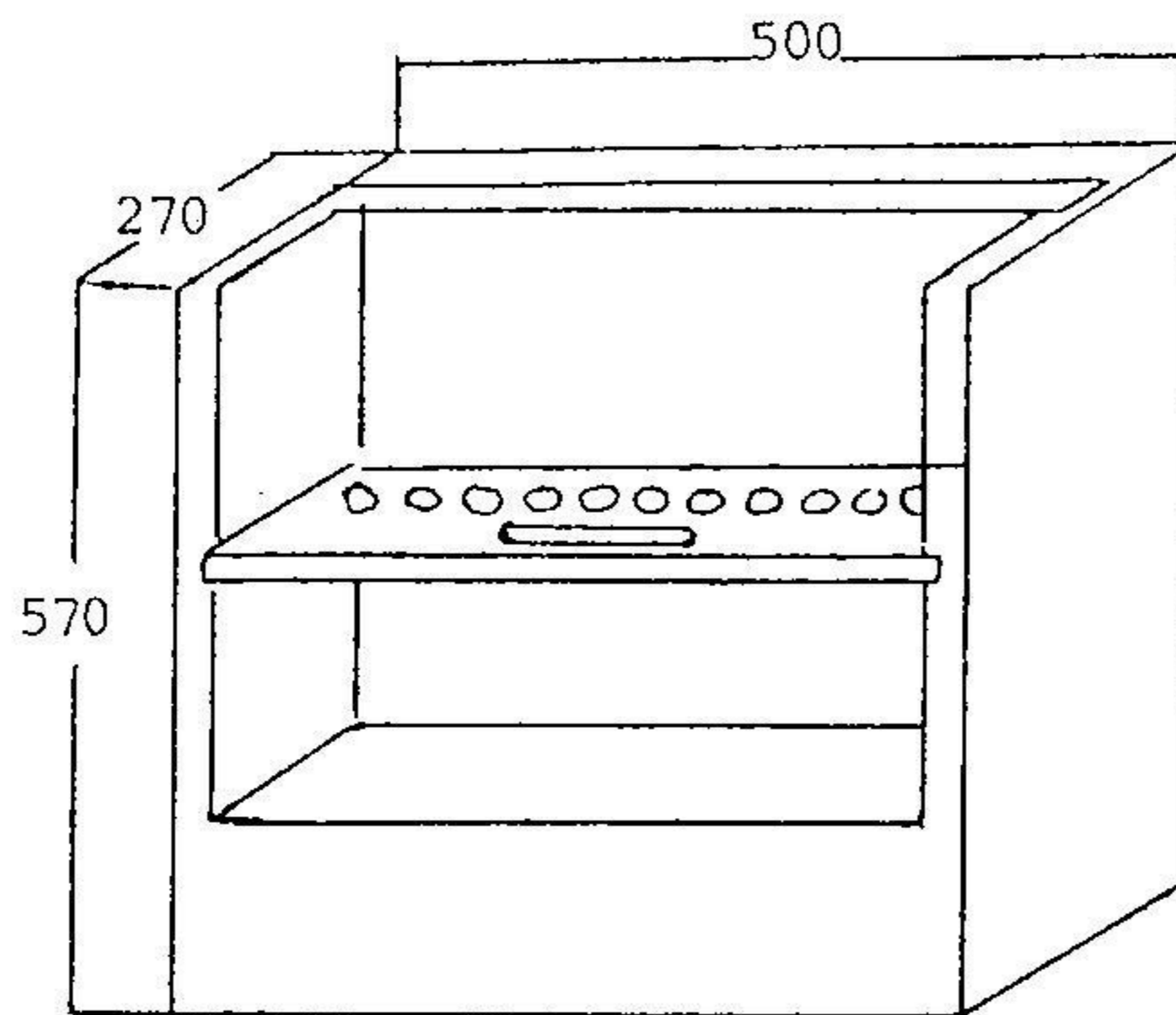
5.3.1. Prinsip.

Melarutkan contoh dengan DMF kemudian membandingkan dengan warna baku kobal-platina (APHA).

5.3.2. Pereaksi.

- N,N dimetil formamida (DMF)
- Asam klorida (HCl)
- Kalium kloroplatina ($K_2Pt\ Cl_6$)
- Kobal klorida ($Co\ Cl_2 6H_2O$)

5.3.4. Peralatan

- Labu erlenmeyer : 100 ml
- Corong
- Pembanding : Peralatan lihat gamb.1
- Kertas saring : Nomer 5A, 9 Cm.
- Tabung kolorimetri : 50 - ml
- Silinder : 50 ml
- Labu volumetri : 1 liter
- Buret
- Cell.

Gambar 1.
Alat Pembanding.

5.3.4. Prosedur

5.3.4.1. Persiapan larutan kolorimetri baku APHA No.500

1) Pembuatan larutan baku

- Larutkan 1,245 gram $K_2Pt\ Cl_6$ dan

  1,000 gram $CoCl_2 6H_2O$ dan ditambahkan 100 ml Hcl pekat (BJ.1,18)
- Encerkan dengan air hingga 1 liter.
- Larutan ini disebut APHA no.500.

2) Pengujian terhadap APHA nomer 500 baku :

- Ambil 10 ml larutan APHA no.500 masukkan kedalam 10 mm cell dan tentukan serapannya dengan spektrofotometer dengan menggunakan air suling sebagai pembanding.
  Serapan yang didapat harus sesuai dengan Tabel-II

Tabel II.
Panjang Gelombang dan Serapan Larutan APHA no.500.

Panjang gelombang (nm)	Daerah serapan
430	0,110 - 0,120
455	0,130 - 0,145
480	0,105 - 0,120
510	0,055 - 0,065

- Pembuatan larutan APHA baku dari larutan APHA 500.
  - Tambahkan APHA 500 baku sebanyak sesuai Tabel-III kedalam labu takar 100 ml.
  - Encerkan dengan air HINGGA L)) ML

5.3.4.2. Penentuan warna contoh.

- Timbang 2,5 ± 0,05 g. contoh, masukkan kedalam labu Erlenmeyer tutup asah 100 ml.
- Tambahkan 50 ml DMF
- Larutkan hingga larut sempurna.
- Saring dengan kertas saring No.5A dan masukkan ke dalam tabung kolorimetri.
- Bandingkan warna larutan tersebut dengan larutan APHA baku.

5. 4. Kadar Abu

5.4.1. Prinsip

Contoh diarangkan dengan api bunsen kemudian dimasukkan ke dalam tanur pada suhu 700°C hingga didapat berat tetap.

5.4..2. Peralatan.

- Timbangan mikro
- Tanur listrik
- Cawan platina
- Gelas piala 100 ml
- Eksikator
- Timbangan dengan ketelitian 0,01 g

5.4 .3. Prosedur

- Panaskan cawan platina bersih pada suhu 700 ± 50°C didalam tanur listrik selama 1 jam atau lebih.
- Dinginkan didalam eksikator selama 1 jam.
- Timbang hingga berat tetap, dengan ketelitian : 0,001 mg (B).
- Timbang 50 + 0,1 gram contoh dalam gelas piala.
- Ambil ± 25 gram contoh dan masukkan dalam cawan platina.

—

- Bakar dengan nyala api burner secara bertahap, cawan platina berisi contoh, dan lakukan hal ini dalam ruang asap.
- Tambahkan ± 25 gram contoh (sisanya) kedalam cawan platina dan bakar dengan cara yang sama.
- Setelah pengkarbonan, pindahkan cawan platina berisi contoh kedalam tanur listrik dan abukan pada suhu 700 ± 50°C hingga sempurna (minimal 1 jam).
- Keluarkan secara hati-hati cawan platina dari tanur listrik dengan menggunakan penjepit platina.
- Dinginkan diporselin selama 1 menit, masukkan kedalam eksikator selama 1 jam dan timbang hingga berat tetap (A).
- Buat pemeriksaan blanko dengan cara yang sama.

5.4.4. Perhitungan.

$$\text{Kadar abu, ppm} = \frac{(A-B) - (D-E)}{C} \times 10^6$$

A = berat cawan platina + abu, gram

B = berat cawan platina kosong, gram

C = berat contoh, gram

D = berat cawan platina setelah pemeriksaan blanko, gram

E = berat cawan platina sebelum pemeriksaan blanko, gram.

5.5. Logam-Logam

5.5.1. Logam-logam Co, Mo, Cr, Mn, Mg, Ni, Al, Ca, Na, K, Fe.

5.5.1.1. Prinsip.

Dengan membandingkan absorban tiap-tiap logam yang di ukur dengan kurva kalibrasi masing-masing logam dapat diketahui konsentrasi tiap-tiap unsur logam yang dicari.

5.5.1.2. Pereaksi.

- HCl (1 + 1) pa
- Larutan metal baku 1000 ppm untuk masing-masing logam yang akan diuji.
- Udara tekan : 5kg/Cm2

- Asetilena : 0,8 kg/Cm2.
- Oksida Nitroso (N_2O)
- Asam sulfat pa
- Aluminium klorida ($Al\ Cl_3$)

5.5.1.3. Peralatan

- Spektrofotometer serapan atom
- Kompressor udara
- Pencatat
- Lampu katoda cekung
- Pipet : 10 ml
- Labu takar: 50 ml, 100 ml, 1000 ml.
- Buret : 50 ml
- Pemanas listrik
- Botol polietilena : 100 ml

5.5.1.4. Kondisi pengukuran dapat dilihat pada Tabel-IV

Tabel IV.
Kondisi Pengukuran

Logam	Panjang gelombang (nm)	Gas yang diperlukan
Co	240,7	Udara-Asetilena
Mo	313,3	Oksida Nitroso-Asetilena.
Cr	357,9	Udara-Asetilena
Mn	279,5	Udara-Asetilena
Mg	285,2	Udara-Asetilena
Ni	232,0	Udara-Asetilena
Al	309,3	Oksida Nitroso-Asetilena.
Ca	422,7	Udara-Asetilena
Na	589,0	Udara-Asetilena
K	766,5	Udara-Asetilena
Fe	248,3	Udara-Asetilena

5.5.1.2. Prosedur

1) Penentuan Hg

Metoda pembuatan larutan pembanding.

- Ambil 10 ml larutan baku Mg 1.000 ppm masukkan ke dalam labu takar 1 liter tambah air suling sampai tanda batas dan aduk dengan baik.
  Larutan ini mengandung Mg 10 ppm.
- Siapkan 7 buah labu takar kapasitas 100 ml.
- Tambahkan masing-masing: 0,5; 1,0;2,0;3 5,0,7,0 10 ml larutanAg 10 ppm (dengan menggunakan buret 50 ml) ke dalam labu takar 100 ml.
- Tambahkan 10 ml HCl (1+1) kedalam labu takar 100 ml tersebut di atas, tambah lagi air sampai tanda batas dan aduk hingga betul-betul rata.
  Larutan ini mengandung Mg berturut-turut 0,05; 0,1; 0,3; 0,5; 0,7; dan 1,0 ppm.
  Kerjakan dengan cara yang sama untuk larutan pembanding Mo.
  Untuk Mo tambahkan aluminium klorida (konsentrasi aluminium 1000 ppm).
  Dari larutan baku 1000 ppm, dibuat larutan pembanding untuk kurva kalibrasi masing-masing : 0,05; 0,2; 0,3; 0,5; 0,7; dan 1,0 ppm. Kerjakan dengan cara yang sama untuk logam-logam lain.

2) Penentuan logam

- Tambahkan masing-masing 2 ml H_2SO_4 kecawan platina yang diberi contoh dan blanko bekas pemeriksaan kadar abu, panaskan sampai tidak kelihatan asap putih dari H_2SO_4 kemudian masukkan kedalam tanur pada 700 ± 50^oC.
  Setelah pendinginan tambah 10 ml HCl setelah abu terbasahi semua, tambah lagi ± 20 ml air suling.
- Larutkan dengan sedikit pemanasan dan pekatkan sampai volume kira-kira 10 ml.
- Pindahkan kedalam labu takar 50 ml dan encerkan dengan air suling hingga 50 ml.
- Pasang lampu katoda cekung untuk Mg pada AAS, hidupkan listrik ,set aliran listrik 10 mA.

- Atur panjang gelombang pada 285,2 nm, biarkan ± 30 menit untuk pemanasan dan tunggu sampai stabil.
- Apabila kondisi AAS sudah stabil, maka set panjang gelombang yang paling peka untuk Mg dengan cara sebagai berikut :
  - Atur jarum penunjuk skala konsentrasi keposisi tengah dengan gain control.
  - Putar knop panjang gelombang dan peng-atur teliti perlahan-lahan kearah kiri atau kanan agar skala konsentrasi me-ngarah ke nol.
  - Bila penunjuk sudah menunjuk ke "0" kembalikan penunjuk keposisi semula dengan gain control.
  - Ulangi cara-cara ini sampai didapat panjang gelombang pada saat penunjuk mendekati "0" berarti sudah didapat panjang gelombang Mg yang paling peka pada alat ini.
- Buka semua kran air, udara dan asetilena hidupkan pencatat.
- Setelah yakin kecepatan alir air, udara dan asetilena sesuai kondisi operasi, hidupkan burner.
  Warna api yang bagus adalah biru.
- Sebagai garis dasar pada skala konsentrasi "0" seraplah air suling, pada saat yang sama set pencatat dan atur garis dasar-nya.
- Ukur absorbansi larutan Mg masing-masing 0,05; 0,1; 0,2; 0,3; 0,5; 0,7; dan 1,0 ppm.
- Buat kurva-kalibrasi dengan data-data yang diperoleh dari grafik untuk larut-an baku (larutan pembanding dengan kurva kalibrasi tersebut dapat dicari konsen-trasi Mg dari contoh.
- Lakukan penentuan logam lain dengan cara seperti di atas.
- Untuk pemeriksaan Mo, setelah ditambah $Al\ Cl_3$, (konsentrasi 1000 ppm) kedalam sisa contoh setelah pemeriksaan Mg, pe-riksalah sesuai langkah di atas (gunakan N_2O dan "burner" suhu tinggi.

3) Perhitungan :

Dari kurva kalibrasi dapat diperoleh konsentrasi (ppm) setiap metal dalam contoh dan blanko masing-masing 2 desimal.

Mi (ppm) = (Ai-Bi) x kelipatan pengenceran.

Mi = konsentrasi (ppm) metal i dalam contoh.

Ai = Konsentrasi (ppm) metal i dalam contoh baca dari kurva kalibrasi.

Bi = konsentrasi (ppm) metal i dalam pemeriksaan blanko, dibaca dari kurva kalibrasi.

5.5.2. Titanium

5.5.2.1. Prinsip.

Berdasarkan proses penyerapan sinar monokromatis oleh senyawa kompleks tertentu.

5.5.2.2. Pereaksi.

- Natrium hidrosulfit ($Na_2S_2O_4$) p.a
- Tiron C_6H_2 $(OH)_2$. (SO_2Na) p.a
- 4 % Tiron, 4.g Tiron dalam 100 ml
- Asam asetat glasial (CH_3COOH) p.a
- Natrium asetat ($CH_3COONa.3H_2O$) p.a
- 0,2 M-larutan asam asetat buffer. Larutkan 12 ml asam asetat dan 15 g Natrium asetat dengan air suling hingga 1 liter.
- Ammonia air (NH_4OH) (1+5); 80 ml ammonia air (p.a 28 % NH_3) dan 400 ml air dicampur dalam botol polietilena 500 ml.
- Air ammonia (28 % NH_3) p.a
- Fenolftalein ($C_{20}H_{14}O_4$) p.a
- Etil alkohol (95% volume) p.a
- Penunjuk fenolftalein. 1 g fenolftalein dilarutkan dalam 90 ml etil alkohol dan tambah air hingga 1 liter.
- Larutan Ti pembanding untuk AAS 1000 ppm.

5.5.2.3. Peralatan.

- Labu takar : 50 ml & 500 ml
- Pipet : 5 ml & 20 ml
- Labu Erlenmeyer : 100 ml
- Silinder berskala : 100 ml
- Buret : 25 ml
- Pipet ukur : 5 ml
- Botol pereaksi : 1 liter
- Spektrofotometer
- Botol polietilena : 500 ml
- Timbangan dengan ketelitian 0,01 mg.

5.5.2.4. Prosedur.

5.5.2.4.1. Pembuatan kurva-kalibrasi.

1) Pembuatan larutan Ti pembanding 10 ppm
Ambil 5 ml larutan baku 1000 ppm Ti dan masukkan dalam labu takar 500 ml, tambahkan air sampai tanda batas dan kocok hingga rata.

2) Pembuatan kurva-kalibrasi

- Siapkan 7 buah labu takar 50 ml.
- Masukkan larutan 5.4.2.4.1.1. kedalam labu takar 50 ml masing-masing sebanyak 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; dan 5,0. Larutan ini masing-masing mengandung : 0,5, 10, 20, 30, 40, dan 50 mg Ti.
- Tambah 25 ml 4% Tiron kedalam labu takar tersebut.
- Tambah 2-3 tetes penunjuk PP kesetiap labu takar netralkan dengan air ammonia dan warnanya menjadi sedikit merah jambu dengan ammonia air (1 + 5).
- Tambahkan 5 ml larutan penyangga asam asetat 0,2 M kesetiap labu takar 50 ml.
- Tambahkan 25 mg $Na_2S_2O_4$ dan air hingga tanda batas dan aduk sampai rata.
- Setelah 15 menit periksa dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 420 nm; 20 mm cell, dengan blanko sebagai pembanding.

3) Penentuan Ti

- Ambil 20 ml contoh yang telah diperlukan seperti penentuan metal-metal lain, dan masukkan dalam labu takar 50 ml.
- Tambah 5 ml larutan Tiron 4 %
- Tambah 2-3 tetes penunjuk PP, netralkan dengan ammonia air (1+5) sampai warna sedikit merah jambu.
- Tambah 5 ml larutan penyangga asam asetat 0,2 M tambah 25 mg Na_2S_2O (reduksi Fe) tambah air suling sampai tanda batas dan campur sampai rata.
- Kerjakan dengan cara yang sama untuk blanko.
- Setelah 15 menit, ukur absorbansinya pada gelombang 420 nm dan cell 20 mm dan blanko sebagai pembanding.
- Dapatkan μg/50 ml Ti dari kurva kalibrasi Ti.

Perhitungan :

$$\text{Ti, ppm} = \frac{\mu\text{g Ti / 50 ml}}{\text{g contoh x 20 ml/50 ml.}}$$

5.6. Total Logam Berarti

(Mo, Cr, Ni, Co, Ti, Mg, Fe).
Total logam berarti merupakan penjumlahan logam Mo, Cr, Ni, Co, Ti, Mg, Fe.
Cara uji logam-logam tersebut seperti (5.4.)

5.7. 4- Karboksi Benzaldehida

5.7.1. Prinsip

Membandingkan tinggi pulsa 4-CBA contoh dengan tinggi pulsa 4-CBA contoh baku.

5.7.2. Pereaksi.

- Ammonium hidroksida (NH_4OH) p.a
- Ammonium klorida (NH_4Cl) p.a
- Natrium hidroksida (NaOH) : p.a
- Contoh PTA baku : pilih yang mengandung 15-25 ppm 4-CBA. Jika konsentrasi 4-CBA dalam PTA bervariasi menurut ukuran partikel, ambil contoh PTA yang mempunyai ukuran partikel 120-250 mesh.

- Larutan penyangga A
  - Larutkan 220 ml NH_4OH dan 134 g NH_4Cl dengan air
  - Encerkan hingga menjadi 10 liter
    Larutan yang baik bila pH nya 9,2 $\pm$ 0,05 pada 25°C.
- Larutan penyangga B
  - Larutkan 5,6 ml NH_4OH dan 9,36 g NH_4Cl dengan air
  - Encerkan hingga menjadi 10 liter
- Larutan NaOH IN (lihat 5.2.2.).
- Air raksa yang telah didistilasi
- Nitrogen dengan kemurnian tinggi dan bebas oksigen. Bila masih mengandung oksigen lewatkan menara pengering yang berisi larutan pirogallol alkali.
- Penunjuk biru bromtimol (lihat 5.2.2.).

5.7.3. Peralatan.

- Polarograf
- Mercury knock-off equipment
- Pencatat x-y
- Timbangan analitik
- Pengaduk magnit
- Peralatan penyulingan mercury
- Buret otomatis : 20 % 68 ml
- Labu takar : 100 ml & 1 liter
- Rotor : 3 Cm
- Labu erlenmeyer: 100 ml
- Silinder berskala : 100 ml & 1 liter.
- Sel elektrolisa
- Botol pencuci gas

5.7.4. Kondisi pengukuran dengan Polarograf.

- Mode D pulsa
- "Cell selector : 25
- Selang pulsa : 0,5 sekon/tetes

- Potensial awal : - 0,90 v
- "Scan range" : - 0, 6 v
- "Scan rate" : 20 mv/ sekon
- "Modulation amp" : 100 mv
- "Current rage" : 0,05
- Pencatat X-Y

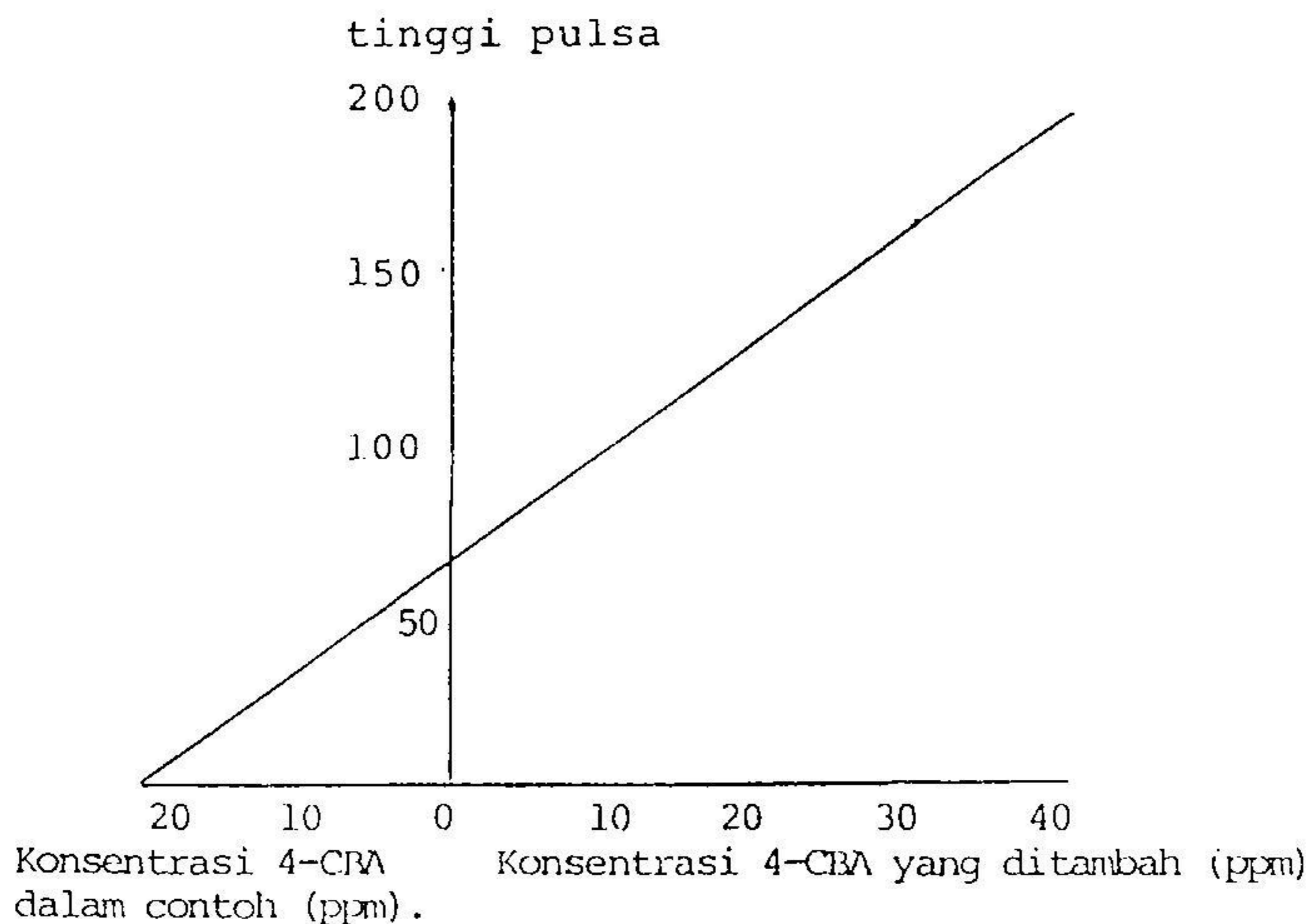
  Tempatkan sumbu X-Y dengan baik pada X1, 100 yakinkan kebenaran posisi tombol power ON,OFF, HOLD dan Potensio meter untuk menggerakkan sumbu Y.

5.7.5. Prosedur.

5.7.5.1. Pembuatan Larutan Baku 4-CBA

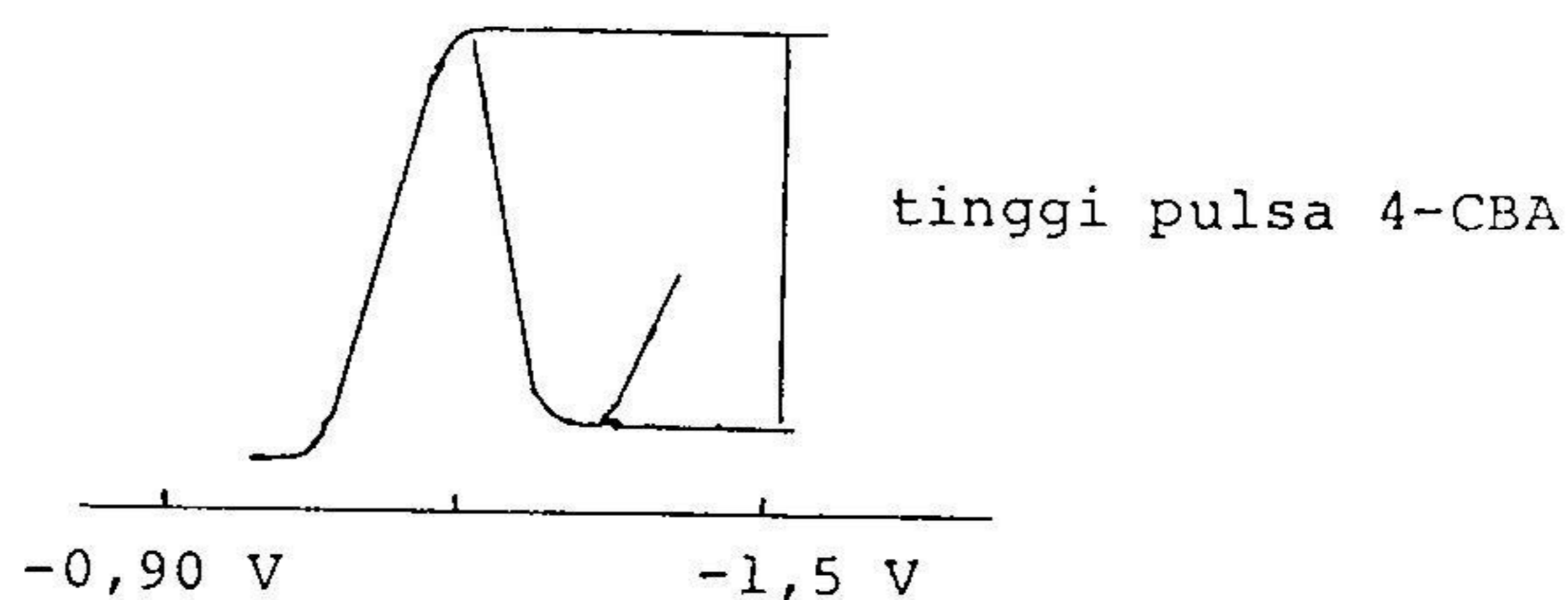
1) Pembuatan larutan yang mengandung 0,1 mg 4-CBA per ml.
   - Timbang teliti 100 mg 4-CBA serbuk dalam Erlenmeyer : 100 ml.
   - Larutkan dengan 50 ml air
     Bila 4-CBA sukar larut, panaskan dalam penangas air dan aduk.
   - Pindahkan ke dalam labu takar dan tambahkan air suling hingga 1 liter.
2) Pembuatan larutan baku yang mengandung 0; 10; 20; 30; dan 40 ppm 4-CBA per 5 g PTA.
   - Siapkan 5 buah Erlenmeyer 100 ml
   - Timbang 5,000 $\pm$ 0,001 g PTA baku dalam masing-masing Erlenmeyer, serta tambahkan 60 ml NaOH IN.
   - Masukkan rotor dan aduk hingga larut sempurna.
   - Pindahkan setiap larutan baku kedalam labu takar : 100 ml, bilas dengan $\pm$ 15 ml air suling, kemudian air bilasan masukkan kedalam labu takar tersebut.
   - Tambahkan 20 ml larutan penyangga A dengan buret otomatis, tambahkan pula larutan baku 4-CBA sebanyak 0,00; 1,00; 1,50 dan 2,00 ml dan kedalam masing-masing labu takar tambahkan air hingga tanda batas.

5.7.5.2. Pembuatan grafik konsentrasi larutan 4-CBA baku.

- Pindahkan sebagian larutan baku PTA yang telah dipersiapkan (lihat 5.7.5.1.) di-atas sel elektrolisa, alirkan nitrogen yang telah dilewatkan larutan penyangga B selama 5 menit dengan kecepatan 200 ml/menit, untuk melepaskan oksigen yang terlarut.
- Terhadap masing-masing larutan baku PTA, tentukan tinggi pulsa reduksi 4-CBA pada potensial setengah gelombang 1,26 v dengan alat polarograph dengan kondisi pengukuran tertentu (5.7.4.).
- Buat kurva kalibrasi dengan mem "plot" konsentrasi 4-CBA yang ditambahkan pada absis dan tinggi pulsa pada ordinat. Sehingga konsentrasi 4-CBA (ppm) didalam contoh baku dapat dicari dengan metode penambahan.
- Ulangi langkah di atas sampai 5 kali dan ambil harga rata-rata sebagai konsentrasi 4-CBA dalam contoh PTA baku.

Gambar-2.
Kurva kalibrasi 4-CBA (Penambahan konsentrasi 4-CBA dan tinggi pulsa).

5.7.5.3. Penentuan Kadar 4-CBA secara polarografis

- Pindahkan sebagian larutan contoh kedalam sel elektrolitik, kemudian alirkan gas N_2 yang telah dilewatkan larutan penyangga B selama 5 menit dengan kecepatan 200 ml/menit untuk melepaskan oksigen yang terlarut.
- Atur kondisi pengukuran seperti pada 5.6.4.
- Hubungkan sel elektrolit ke "Merkury-knock off" dan catat polarogram dari 4-CBA yang timbul pada potensial setengah gelombang -1,26 v pada pencatat X-Y.

$E \frac{1}{2} = 1,26$ V

Gambar-3
Polarogram

5.7.5.4. Perhitungan

Kadar 4-karboksi benzaldehida ppm = $\frac{H \times C_3}{H_2}$

H : tinggi pulsa 4-CBA contoh

C_3 : kadar 4-CBA (ppm) contoh baku

H_2 : tinggi pulsa 4-CBA contoh baku.

5.7.4. Perhitungan.

$$\text{Kadar abu, ppm} = \frac{(A-B) - (D-E)}{C} \times 10^6$$

A = berat cawan platina + abu, gram

B = berat cawan platina kosong, gram

C = berat contoh, gram

D = berat cawan platina setelah pemeriksaan blanko, gram

E = berat cawan platina sebelum pemeriksaan blanko, gram.

5.8. KADAR ZAT YANG MENGUAP

5.8.1. Prinsip.

Mengeringkan contoh dalam pengering pada suhu 108 $\pm$ 2°C selama tiga jam dan penurunan berat dihitung sebagai kadar zat yang menguap.

5.8.2. Peralatan.

- Botol timbangan
- Pengering dengan suhu konstan
- Eksikator
- Timbangan

5.8.3. Prosedur.

- Keringkan botol timbang bertutup dalam pengering pada suhu 108 $\pm$ 2°C.
- Dinginkan dalam eksikator selama 1 jam dan timbang sampai berat tetap.
- Timbang contoh 30 $\pm$ 0,05 gram dengan ketelitian 0,1 mg didalam botol timbang bertutup (A).
- Keringkan dalam pengering pada suhu 108 $\pm$ 2°C selama tiga jam dengan tutup sedikit terbuka.
- Dinginkan dalam eksikator selama 1 jam dan timbang sampai berat tetap, dengan ketelitian 0,1 mg (B).

Lakukan pemeriksaan blangko dengan cara yang sama.

5.8.4. Perhitungan.

$$\text{Kadar zat yang menguap} = \frac{(A - B) - (C - D)}{S} \times 100\%$$

A = berat botol timbang bertutup + contoh sebelum pengeringan (gram)

B = berat botol timbang bertutup = contoh sesudah pengeringan (gram)

C = berat botol timbang untuk pemeriksaan blangko sebelum pengeringan

D = berat botol timbang untuk penentuan blangko sesudah pengeringan

S = berat contoh (gram)

5.9. ASAM PARA-TOLUAT.

5.9.1. Prinsip.

Membandingkan luas puncak kromatogram contoh terhadap internal baku yang sudah ditentukan.

5.9.2. Pereaksi.

- Dimetil sulfoksida p.a
- Di-n Butilftalat p.a
- Asam Para Toluat p.a
- Diallilftalat p.a
- Larutan internal baku.
  - Timbang ± 200 mg Diallilftalat dan 70 mg Di-n butilftalat dalam labu takar 100 ml.
  - Tambahkan Dimetil sulfoksida sampai tanda batas.
  - Ambil 10 ml larutan tersebut, masukkan kedalam labu takar 500 ml.
  - Tambahkan Dimetil sulfoksida sampai tanda batas.

  Gas Nitrogen : kemurnian 99,9 % atau lebih.

  Gas Hidrogen : kemurnian 99,9 % atau lebih.

5.9.3. Peralatan

- Gas kromatografi
- Timbangan mikro
- Vibrator
- Vakum
- Erlenmeyer
- Penangas air
- Pipet : 10 ml & 5 ml
- Labu takar : 100 ml dan 500 ml.

5.9.4. Kondisi peralatan

Kolom : Nikel panjang 0,65 m diameter 3 mm.

Isi kolom : 15 % Poliester FF/Neosorb NS,60/80 mesh.

Suhu kolom : 175 sampai 240°C, setelah selesai pemeriksaan asam p-Toluat suhu dinaikkan sampai 240°C agar TA keluar dengan cepat.

Suhu ruang penguapan : 350°C.

Detector : F.I.D.

H_2 = 0,6 kg/cm2, udara = 0,6 kg/cm2

Kecepatan pencatat : 10 mm/min.

Gas pembawa : N_2 = 0,3 kg/cm2 dan

Jumlah cuplikan yang diinjeksikan : 1 mikroliter.

5.9.5. Prosedur.

5.9.5.1. Penyiapan kolom

- Cuci bagian dalam kolom nikel Ø 3 mm x 0,65 m dengan aseton dan keringkan dengan Nitrogen.
- Sumbat salah satu ujung kolom dengan glasswool sambil divakum, isikan filler melalui ujung yang lain dengan bantuan vibrator agar merata dan padat.
- Tutup dengan glasswool untuk mencegah filler keluar lagi.

- Sambung gas pembawa masuk kesalah satu ujung kolom dan ujung yang lain jangan dihubungkan ke detektor karena akan merusak detektor dengan adanya cairan tertentu yang keluar dari kolom.
- Alirkan gas pembawa N_2 dengan kecepatan 3 ml /menit.
- Naikkan temperatur dari penangas suhu tetap untuk merendam kolom kurang lebih 240°C maksimum dan jaga temperatur tersebut sampai 40-50 jam.

5.9.5.2. Persiapan contoh baku untuk kalibrasi.

1) Pembuatan larutan asam p-Toluat baku.

- Timbang 100 mg asam p-Toluat, masukkan kedalam labu takar 100 ml, tambah dimetil sulfoksida sampai tanda batas.
- Ambil tepat 10 ml larutan ini dan masukkan kedalam labu takar 500 ml, tambah dimetil sulfoksida sampai tanda batas. Setiap 1 ml larutan ini mengandung 0,1 mg asam p-Toluat.

2) Pembuatan larutan baku.

- Siapkan 5 buah labu erlenmeyer dengan tutup.
- Masukkan berturut-turut 1, 2, 3, 4 dan 5 ml tepat larutan asam p-Toluat baku dan 4, 3, 2, 1, dan 0 ml dimetil sulfoksida dengan menggunakan pipet 5 ml. Larutan baku ini mengandung 0,10; 0,20; 0,30; 0,40; dan 0,50 mg asam p-Toluat yang berarti 100, 200, 300, 400, dan 500 ppm berat per gram contoh.
- Tambahkan 10 ml larutan internal baku kesetiap larutan baku dan campur dengan baik.

3) Persiapan contoh PTA.

- Timbang contoh PTA sebanyak 2,0 g dan masukkan kedalam labu erlenmeyer tutup asah 50 ml.
- Tambahkan 10 ml tepat larutan diallil ftalat internal baku, larutkan dengan sempurna pada penangas air ± 60°C.

4) Cara mendapatkan KOEFISIEN KOREKSI 5.9.5.2.

- Injeksikan larutan contoh baku (5.7.5.3.6) sesuai kondisi operasi (5.9.4.).
- Catat khromatogram dan tentukan luas puncak dari setiap komponen.
- Dapatkan luas koefisien koreksi luas dari setiap komponen deng an rumus dibawah :

$$Ki = \frac{As \times Wi}{Ws \times Ai}$$

Ki = Faktor koreksi luas khromatogram dari asam p-Toluat.

As = Luas puncak dari larutan internal baku

Ws = Berat campuran (g) larutan internal baku

Wi = Berat campuran (g) asam p-Toluat

Ai = Luas puncak asam p-Toluat.

5.9.5.3. Kadar asam p-Toluat.

- Injeksikan 1 mikroliter contoh kedalam dan segera tekan tombol "Start Integrator mencatat khromatogram, "Retention Time" dan berhenti secara otomatis.

5.9.5.4. Perhitungan.

$$Ci = \frac{Ai \times Ki \times Ws}{As \times S} \times 10^6$$

Dimana Ci : kadar asam p-Toluat ppm

Ai : luas puncak asam p-Toluat

Ki : luas koefisien koreksi asam p-Toluat

Ws : berat campuran zat internal baku, g

As : luas puncak internal baku

S : berat contoh, g.

- Segera setelah pemeriksaan selesai, naikkan suhu kolom sampai 240°C untuk menghilangkan asam tereftalat.

6. CARA PENGEMASAN

Asam tereftalat murni dikemas dalam wadah yang tidak bereaksi dengan isi, tertutup rapat, kedap air, terhindar dari kontaminasi, aman selama transportasi dan penyimpanan.

7. SYARAT PENANDAAN

Pada label harus dicantumkan nama produk, berat bersih, kode produksi, lambang nama dan alamat produsen

SNI 06-2153-1991 (N)

Asam tereftalat murni (PTA)

Tgl. Pinjaman	Tgl. Harus Kembali	Nama Peminjam

PERPUSTAKAAN